

M1971-97
Y. TEI, et al

JC997 U.S. PRO
09/912449



日本国特許庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application:

2000年 7月25日

出願番号
Application Number:

特願2000-224644

出願人
Applicant(s):

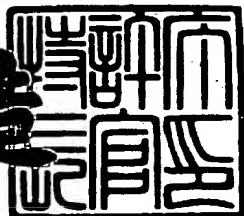
富士電機株式会社



2001年 3月23日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3022819

【書類名】 特許願
【整理番号】 99P01671
【提出日】 平成12年 7月25日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C09F 1/00
G11B 11/00
【発明の名称】 熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法、この樹脂を使用した磁気記録媒体用基板およびこの基板を用いた磁気記録媒体、並びにこの磁気記録媒体の製造方法
【請求項の数】 9
【発明者】
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内
【氏名】 鄭 用一
【発明者】
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内
【氏名】 坂口 庄司
【発明者】
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内
【氏名】 鈴木 克紀
【特許出願人】
【識別番号】 000005234
【氏名又は名称】 富士電機株式会社
【代理人】
【識別番号】 100077481
【弁理士】
【氏名又は名称】 谷 義一

【選任した代理人】

【識別番号】 100088915

【弁理士】

【氏名又は名称】 阿部 和夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100106998

【弁理士】

【氏名又は名称】 橋本 傳一

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 013424

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9707403

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法、この樹脂を使用した磁気記録媒体用基板およびこの基板を用いた磁気記録媒体、並びにこの磁気記録媒体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱可塑性ノルボルネン系樹脂に含有されている大気中ガス、および低沸点有機成分を除去するノルボルネン系樹脂の乾燥方法であって、該乾燥が真空乾燥単独で、または常圧乾燥と真空乾燥とを併用して行われることを特徴とする熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法。

【請求項2】 前記常圧乾燥での乾燥温度が80～120°Cで、真空乾燥が20Pa以下、80～120°Cで行われることを特徴とする請求項1に記載の熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法。

【請求項3】 熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法であって、乾燥後の熱可塑性ノルボルネン系樹脂に含まれている大気中ガスがN₂: 20ppm以下、O₂: 20ppm以下、H₂O: 1ppm以下であり、および低沸点有機成分である脂肪族系有機成分の和が20ppb以下で芳香族系有機成分の和が20ppb以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法。

【請求項4】 熱可塑性ノルボルネン系樹脂を射出成形して得られるプラスチック製磁気記録媒体用基板であって、該熱可塑性ノルボルネン系樹脂が請求項1～3のいずれか一項に記載の乾燥方法により乾燥された熱可塑性ノルボルネン系樹脂であることを特徴とする磁気記録媒体用基板。

【請求項5】 基板表面上のたておよびよこが1μm以上の凹凸欠陥個数が100個/面以下であることを特徴とする請求項4に記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項6】 基板表面半径方向の真直度Paが1μm以下であり、うねりWaが500Å以下であり、平均粗さRaが5Å以下であることを特徴とする請求項4または5に記載の磁気記録媒体用基板。

【請求項7】 基板上に少なくとも磁性層、保護層、および潤滑層が形成さ

れている磁気記録媒体であって、前記基板が請求項4～6のいずれか一項に記載のプラスチック製磁気記録媒体用基板であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項8】 前記磁気記録媒体を、 $1\text{ }\mu\text{m}$ の低浮上ヘッドを用い、4500 r p mで24時間、連続・高速ヘッドシーク試験を行ったときの歪みゲージ出力値が0.5 (g) 以下であることを特徴とする請求項7に記載の磁気記録媒体。

【請求項9】 熱可塑性ノルボルネン系樹脂を請求項1～3のいずれか一項に記載の乾燥方法により乾燥する工程、乾燥された熱可塑性ノルボルネン系樹脂を射出成形し、プラスチック製磁気ディスク用基板を形成する工程、該基板上に少なくとも磁性層、保護層および潤滑層を順次形成する成膜工程とを具備することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、コンピュータの外部記憶装置およびその他のデジタルデータの各種磁気記録装置に搭載される磁気記録媒体用基板の原料となる熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法に関する。さらに前記の乾燥された樹脂を使用した磁気記録媒体用基板、並びに、該基板を使用した磁気記録媒体(ハードディスク)およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

磁気記録媒体を使用する記録装置の大容量化に伴って、記録密度の向上のため磁気ヘッド浮上量の低減が図られている。この磁気ヘッド浮上量の低減するためには、平滑性に優れた磁気記録媒体、即ち高い表面精度を有する磁気記録媒体が要求される。例えば、従来の非磁性金属基板(A1等)を使用する場合には高度な精密加工が要求される。

【0003】

従来の非磁性金属基板を使用した磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体の製造方法の一例を以下に示す。

【0004】

非磁性基板には一般的に、加熱溶融した金属材料を圧延、加熱焼鈍したのち、規定の寸法に加工が行われたブランク材が用いられる。このブランク材は内外径処理を施され、表面精度の向上のためのラッピング加工が行われる。この後、該ブランク材には、表面硬度を向上させるなどの目的で $13 \mu\text{m}$ の Ni-P メッキ層が形成される。この Ni-P メッキ層の表面は、ポリッシュで表面粗さが $R_a = 10 \text{ \AA}$ になるように研磨され、次いで研磨表面にダイヤモンドスラリーを使用して、最終ラッピング加工が行われる。得られた基板には、コンタクト・スタート・ストップ (CSS) ゾーンに、例えばバンプハイド 190 \AA 、バンプ密度が 30×30 になるようにレーザーゾーンテクスチャーが施される。次に、この基板を精密洗浄することにより、磁気記録媒体用基板が得られる。

【0005】

この磁気記録媒体用基板に、DCスパッタ法により 500 \AA の下地 Cr 層、 30.0 \AA の Co-1.4 Cr-4 Ta 磁性層、および 8.0 \AA のカーボン保護層を順次形成する。さらにスパッタ後の表面にテープバニッシュを行い、次にディップコート法またはスピンドルコート法によりフッ素系潤滑層を 20 \AA 形成し、磁気記録媒体を得ることができる。

【0006】

前記のような、従来の磁気記録媒体用基板および磁気記録媒体の製造方法は、近年の高密度化の要求とともに一層複雑化しているのが現状である。さらに高機能を維持したままで、従来以上に安価な磁気記録媒体を提供することも要求されている。この相反する要求を解決する新規な磁気記録媒体として、プラスチックを磁気記録媒体用基板に用いた磁気記録媒体が提案されている。

【0007】

プラスチック製磁気記録媒体用基板を成形技術によって作製し、CSS ゾーンも成形時に同時に形成する方法は、生産性に優れ工業的にも有利であり、その結果、安価な磁気記録媒体を提供することが可能である。

【0008】

しかし、プラスチック製磁気記録媒体用基板は、例えば合成樹脂ペレットを射

出成形して製造されるが、金属性基板およびガラス等のセラミック基板と比較し、成形時に高さ数 μ m レベルの凹凸状の欠陥が発生したり、微小うねりが大きくなるという問題がある。これは高い表面精度が要求される磁気記録媒体用基板において問題となる。

【0009】

このような表面欠陥や微小うねりを有する磁気記録媒体用基板を使用して磁気記録媒体を製造することは、ヘッドとの読み書きが行えないことや、特に、低フライングハイトヘッドを用いての連続・高速シーク時には、ヘッドの走行性が安定されず、最終的にはヘッドクラッシュを引き起こすことになり、耐久性を低下させることに繋がる。

【0010】

一方、プラスチック製磁気記録媒体用基板の材料としては、ポリカーボネート樹脂、ポリメチルメタアクリレート樹脂のようなものが使用されるが、これら以外にも、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を使用することができる。熱可塑性ノルボルネン系樹脂は、高耐熱性、低吸湿性、形状安定性の点で優れた特性を有し、優れた磁気記録媒体用基板を提供できるが、この樹脂も上述のような問題を有している。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、かかる実情を鑑みてなされたものであり、含有されている特定のガス成分を一定レベル以下に制御する熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法を提供することにある。

【0012】

さらに本発明の目的は、前記乾燥方法により、含有されている特定のガス成分を一定レベル以下に制御された樹脂を用いて、表面の欠陥や微小うねりが少なく、信頼性に優れたプラスチック製磁気記録媒体用基板を提供することにある。

【0013】

また、本発明の別の目的は、前記プラスチック製磁気記録媒体用基板を用いた磁気記録媒体を提供することにある。特に、表面欠陥や微小うねりが極めて少な

く、高精度な表面を保持し、且つ連続・高速ヘッドシーカー時にも優れた耐久性を保持した磁気記録媒体を提供する。

【0014】

また、本発明の別の目的は前記磁気記録媒体の製造方法を提供することを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】

本発明者は前記課題・目的を達成するために銳意検討を進めた結果、特定の乾燥手段を採用することにより、熱可塑性ノルボルネン系樹脂に含有されているガス成分を一定量以下に除去し、この樹脂ペレットを用いて射出成形することで、前記目的を達成できることを見い出し、本発明を完成するに至った。

【0016】

即ち、本発明の第一の態様は、熱可塑性ノルボルネン系樹脂に溶存して含まれているN₂、O₂、H₂O等の大気中ガスや、脂肪族系有機成分である低分子脂肪族炭化水素や樹脂の酸化物であるアルコール、カルボン酸化合物、および芳香族系有機成分である樹脂合成溶媒残留物等の低沸点有機成分（不純物）を除去するための熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法であって、この乾燥方法が空気または窒素雰囲気下で乾燥する方法、すなわち常圧乾燥、または真空中で乾燥する方法、すなわち真空乾燥であることを特徴とする。当該乾燥では、前記、常圧乾燥での乾燥温度が80～120°Cで、真空乾燥での真空中度が20Pa以下、乾燥温度が80～120°Cであることを特徴とする。

【0017】

さらに該乾燥方法では、乾燥後の樹脂ペレットに含有されている大気ガス成分が、N₂：20ppm以下、O₂：20ppm以下、H₂O：1ppm以下となり、さらに低分子脂肪族炭化水素および樹脂酸化物であるアルコールおよびカルボン酸化合物の和が20ppb以下であり、芳香族系有機成分の和が20ppb以下となることが好ましい。

【0018】

また、本発明の第二の態様は、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を射出成形して得

られるプラスチック製磁気記録媒体用基板であって、該熱可塑性ノルボルネン系樹脂が、前記の乾燥方法により乾燥された熱可塑性ノルボルネン系樹脂であることを特徴とする磁気記録媒体用基板に関する。該基板は、基板表面上の高さ $1 \mu m$ 以上の凹凸欠陥の数が 100 個以下であることが好ましい。また、該基板半径方向の真直度 P_a が $1 \mu m$ 以下であり、うねり W_a が 500 \AA 以下であり、平均粗さ R_a が 5 \AA 以下となることが好ましい。

【0019】

さらに本発明の第三の態様は、基板上に少なくとも磁性層、保護層、および液体潤滑層が形成されている磁気記録媒体であって、前記基板が前記のプラスチック製磁気記録媒体用基板であることを特徴とする磁気記録媒体に関する。該記録媒体は、 $1.0 \mu"$ (マイクロインチ) の低浮上ヘッドを用いての連続高速ヘッドシークテストにおいて、その 24 時間後の歪みゲージ出力値が $0.5 (g)$ 以下であることが好ましい。

【0020】

さらに本発明の第四の態様は、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を乾燥する工程、乾燥された熱可塑性ノルボルネン系樹脂を射出成形し、プラスチック製磁気記録媒体用基板を形成する工程、該基板上に、少なくとも磁性層、保護層および液体潤滑層を順次形成する成膜工程とを具備する磁気記録媒体の製造方法であって、熱可塑性ノルボルネン系樹脂に含有される低沸点ガスを一定量以下に除去する乾燥工程を含み、前記乾燥方法が空気または窒素雰囲気下で乾燥する方法、または真空乾燥することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法に関する。

【0021】

【発明の実施の形態】

以下に本発明を詳細に説明する。

【0022】

まず、本発明の第一の態様について説明する。

【0023】

本発明の第一の態様は、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を一定の条件下で乾燥することにより、熱可塑性ノルボルネン系樹脂に含有されるガス成分を除去する乾

燥方法に関する。

【0024】

本発明で用いられる熱可塑性樹脂は、一般的に光磁気ディスク基板に使用されているポリカーボネート樹脂やポリメチルメタクリレート樹脂ではなく、高耐熱性であり、低吸湿性であり、さらに剛直構造を有し形状安定性に優れたノルボルネン系樹脂である。具体的には三井化学（株）社製のAPELや日本ゼオン（株）社製のZONEX等を挙げることができる。

【0025】

本発明では、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を磁気記録媒体用基板の原料として使用するが、熱可塑性ノルボルネン系樹脂をそのまま使用すると、上述のように射出成形して得られる基板は、金属性基板およびガラス等のセラミック基板と比較して、成形時に高さ数 μ mレベルの凹凸の欠陥が基板上に生じるという問題点を有する。また、それとともに基板上に微小なうねりが生じ、表面が粗くなるという問題点も有する。

【0026】

この欠陥や微小なうねりの生成は、使用されるペレットに含有される溶存ガス量に大きく依存していると考えられる。一般に樹脂ペレット中には、合成時に大気中ガスを巻き込み、数十ppm～数%レベルのガス（例えば N_2 , O_2 , H_2O , C O_2 等）成分を含有している。その中でも熱可塑性ノルボルネン系樹脂は、構造的には非極性な性質を持った樹脂であるため、極性の強い H_2O 等の分子は透過しやすく、その結果、吸湿性が他の樹脂と比較し極めて少ないと、優れた樹脂ではあるものの、数ppm～数百ppmレベルのガス成分は含まれている。また、熱可塑性ノルボルネン系樹脂に限らず一般の樹脂には、樹脂合成溶媒残留物や低分子脂肪族炭化水素等の低沸点有機成分を数十ppb～数%含有しており、欠陥の生成や微小なうねりの発生はこれらの量に大きく依存すると考えられる。

【0027】

即ち、熱可塑性ノルボルネン系樹脂は、前記の大気中ガス成分および低沸点有機成分を含有するために、以下に述べるように高さ数 μ mレベルの微小欠陥や微小なうねりを発生させてしまうと考えられる。

【0028】

なお、本発明においては、ガス成分とは、特に、大気中ガス成分と低沸点有機成分をいう。大気中ガス成分は、 N_2 、 O_2 、 H_2O のようなガス成分を意味する。低沸点有機成分とは、樹脂族系有機成分、すなわちノルボルネン系樹脂の未反応物や副生成物である炭素数が $C_3 \sim C_{14}$ の脂肪族炭化水素成分と、樹脂が酸化されることにより生成された、炭素数が $C_3 \sim C_{14}$ の脂肪族アルコールやカルボン酸化合物（樹脂酸化劣化物）を、さらに芳香族系有機成分、すなわち樹脂安定剤として添加されている酸化防止剤が劣化して生成された酸化防止剤劣化物や樹脂を合成する際の溶媒残留物などを意味する。

【0029】

熱可塑性ノルボルネン系樹脂は射出成形時、加熱筒内で $300 \sim 380^\circ C$ でスクリューで粉碎・溶融され金型キャビティ内へ射出される。射出成形機は一般に加熱筒から金型入口までは密閉構造であるため、この過程で発生したガスの逃げ道はなく、溶融された樹脂とともに金型キャビティ内へ導かれることになる。その後、金型キャビティ内で樹脂は内周から外周に向かって流動・充填され、金型表面側から冷却・固化されていくが、樹脂溶融時の発生ガスが多くなると、金型キャビティ内でも発ガスを伴いながら内周から外周に向かって樹脂が流動することになり、その結果、発ガスに伴う高さ数 μm レベルの微小欠陥や、流動性の阻害による半径方向での微小うねりの発生や表面粗さの上昇という不具合を生じることとなる。

【0030】

また、 O_2 や H_2O が樹脂中に存在すると、 $300 \sim 380^\circ C$ での溶融状態下では、樹脂のノルボルネン構造が容易に酸化され、変質・低分子化され、その部分が樹脂との流動性差異や極性の差異から欠陥を発生させることになる。

【0031】

さらに、前記樹脂中に含まれる低分子有機不純物成分自体も同様に、その溶融粘度は樹脂自体のそれとは異なるため、樹脂を射出成形するときに、この部分を核として金型内部で、樹脂との流動性の差異に基づく欠陥を発生させやすいと考えられる。

【0032】

以上のように、熱可塑性ノルボルネン系樹脂には、一般に、各種の低沸点ガス成分が含まれており、種々の問題を発生させると考えられる。

まず、熱可塑性ノルボルネン系樹脂に含有されるガス量に関する知見を得るために、各種ガス成分の定量を行った。以下では本発明で使用しうるポリオレフィン熱可塑性ノルボルネン系樹脂（日本ゼオン製ZONEX280R）を例にとり、該樹脂に含まれる各種ガス量を定量した。結果を表1～2に示す。

【0033】

【表1】

大気中ガス含有量 (ppm)

	N ₂	O ₂	H ₂ O
Lot A	880	3.55	10.2
Lot B	809	2.57	7.9
Lot C	623	2.30	5.1

【0034】

*分析方法：ペレット15mgを真空度 5×10^{-9} Torr以下で、30～300°Cの範囲で10°C/minで昇温した際にペレットから発生するガスを昇温脱離質量分析装置（TDS）にて分析。

【0035】

【表2】

有機不純物 (ppb)

	脂肪族系有機成分(C ₆ ～C ₁₄)		芳香族系有機成分	
	脂肪族 炭化水素	脂肪族 アルコール・カルボン酸	合成溶媒残存	酸化防止剤 劣化成分
Lot A	100	60	40	20
Lot B	50	30	30	15
Lot C	30	10	20	10

【0036】

*分析方法:

ペレット10gを120℃加熱で発生したガスを活性炭吸着。

その後活性炭をバージ&トラップ(P&T)法にて脱着し、GC-MSにて分析。

【0037】

なお、表1の大気中ガス(N_2 , O_2 , H_2O)はペレット1粒(15mg)を昇温脱離質量分析装置(TDS:電子科学(株)製)に、真空度 5×10^{-9} Torr以下で、30~300℃の範囲で10℃/minで昇温した際にペレットから発生するガスを四重極質量分析計に導入し、 N_2 はM/Z=28で、 O_2 はM/Z=32で、また H_2O はM/Z=18で検出し、定量したものである。

【0038】

また、表2の有機ガス成分は、ペレット10gを120℃に加熱し、発生した有機系ガスを活性炭に吸着させ、その後吸着物を活性炭からバージ&トラップ法で脱着し、ガスクロマトグラフィー質量分析装置(P&T-GC-MS:(株)島津製作所製)で定性・定量したものである。

【0039】

前記表の結果から、以下のことが分かる。

【0040】

(1) 大気中ガス成分として N_2 , O_2 が特に多い。それに比較すると H_2O は少ないものの、しかし H_2O は10ppm程度の存在であっても、高温環境放置下では樹脂の膨張・変形を促進させる要因となる。

【0041】

(2) 有機不純物として、ノルボルネン系樹脂の未反応物や副生成物である低分子脂肪族炭化水素成分と樹脂が酸化されることにより生成された、脂肪族アルコールやカルボン酸化合物(樹脂酸化劣化物)が多い。また、樹脂安定剤として添加されている酸化防止剤が劣化して生成された酸化防止剤劣化物、および樹脂を合成する際の溶媒残留物などの芳香族系有機成分も含まれている。

【0042】

一方、熱可塑性ノルボルネン系樹脂から作成された磁気記録媒体用基板において

て、前記ガス成分が基板表面にどのような影響を与えるかを見るため、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を乾燥せず用いて形成された基板における欠陥個数、半径方向うねり（W_a），半径方向表面平均粗さ（R_a）を求めた。結果を表3に示す。

【0043】

【表3】

大気中ガス含有量

	欠陥個数(>1μm)	W _a (Å)	R _a (Å)
Lot A	1200	1000	13.5
Lot B	900	920	12.5
Lot C	700	870	12.0

【0044】

尚、欠陥個数は、光学顕微鏡にて計数し、うねり・粗さは非接触光学式表面粗さ計「Chapman (Chapman社製)」により求めた。

【0045】

前記表の結果より、高さ1μm以上の凹凸欠陥個数が700個／面以上であり、半径方向のうねり、粗さはそれぞれ850Å以上、12Å以上であった。このような表面状態にある磁気記録媒体用基板を用いて磁気記録媒体を製造すると、その欠陥部に対応してエラーが発生し、またこのようなうねりや粗さの大きい磁気記録媒体では、しゅう動開始時にヘッドが浮上しない、または浮上してもヘッドを傷つけ、最終的にはヘッドクラッシュを引き起こす。

【0046】

上述の熱可塑性ノルボルネン系樹脂の大気中ガス成分および低沸点有機成分の分析結果と、該樹脂を射出成形して得られた磁気記録媒体用基板の欠陥個数やうねり・粗さの測定結果を比べると、大気中ガスや低沸点有機成分の少ない樹脂で射出成形された基板ほど、欠陥数が少なく、うねり・粗さも改善されていることがわかる。このことから、樹脂に含まれるこれらガス成分により、磁気記録媒体用基板の欠陥が形成され、うねり・粗さが悪化していると予想される。即ち、樹

脂加熱溶融時の発生ガスが多くなると、金型キャビティ内でも発ガスを伴いながら樹脂が流動することになり、その結果、高さ数 μm レベルの微小欠陥や、流動性の阻害による微小うねりの発生や表面粗さの上昇という不具合を形成すると予想される。

【0047】

従って、前記知見から、熱可塑性ノルボルネン系樹脂中の含有ガス成分を除けば、該樹脂により形成される磁気記録媒体用基板の欠陥が減少し、うねりや粗さも小さくすると考えられる。

【0048】

さらに、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を使用した磁気記録媒体用基板に磁気記録層等を積層して得られる磁気記録媒体においても、微小欠陥が極めて少なく、うねりや表面粗さの低い高精度な表面状態を保持し、ヘッド走行性や耐久信頼性に優れた性能を示すと考えられる。

【0049】

従って、熱可塑性ノルボルネン系樹脂に含まれるガス成分を除去することが望まれる。

【0050】

前記分析結果を基に、本発明の熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法について説明する。

【0051】

前記分析結果から、この表面欠陥のうねり・粗さの悪化原因となる熱可塑性ノルボルネン系樹脂のガス成分が、 N_2 や O_2 のように、常温でガス状の成分から、炭素数 C_6 以上の有機成分のように、常温では液状の成分まで、除去するガス成分の沸点領域が比較的広いことがわかる。また、熱可塑性ノルボルネン系樹脂ペレットには1.5mm以上の厚みがあることから、ペレット表面のみでなくバルクに存在するガス成分まで除去するには、常圧の乾燥のみではなく、真空乾燥も併用することが効果的であると考えられる。

【0052】

本発明者は、真空乾燥単独で、もしくは、常圧乾燥と真空乾燥を併用して熱可

塑性ノルボルネン系樹脂を乾燥することで、該樹脂内部まで含有するガス成分を効率的に除去する熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法を見出した。

【0053】

従って、本発明では乾燥方法として、真空乾燥単独、若しくは常圧乾燥と真空乾燥を併用した方法を用いる。真空乾燥の真空度は20Pa以下であり、乾燥温度は80°C~120°Cであり、乾燥時間は2時間~16時間の範囲で選択される。また常圧乾燥温度は80°C~120°Cであり、乾燥時間は12時間~24時間の範囲で選択され、前記真空乾燥と併用することが好ましいが、これに限定されない。また、常圧乾燥雰囲気は大気中であってもN₂雰囲気中であっても構わない。

【0054】

さらに、熱可塑性ノルボルネン系樹脂は、乾燥を効率的に行えるならば、如何なる形状であっても良いが、ペレット形状であることが好ましい。

【0055】

以下に本発明の乾燥工程を説明する。

【0056】

本発明では、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を真空乾燥単独もしくは、常圧乾燥と真空乾燥の併用して乾燥する。

【0057】

乾燥温度・時間は、真空乾燥単独の場合、80°Cでは16時間以上、100°Cでは8時間以上、120°Cでは4時間以上であることが好ましい。また、常圧乾燥と真空乾燥を併用する場合では、常圧乾燥80°Cで24時間の場合は真空乾燥100°Cで8時間以上、常圧乾燥100°Cで12時間の場合は真空乾燥100°Cで8時間以上、常圧乾燥100°Cで24時間の場合は真空乾燥80°Cで8時間以上もしくは100°Cで4時間以上であり、常圧乾燥120°Cで24時間の場合は真空乾燥80°Cで4時間以上もしくは100°Cで2時間以上もしくは120°Cで2時間以上4時間以下であることが好ましいが、この範囲内の乾燥温度・時間の組み合せであれば良い。

【0058】

本発明では、前記乾燥方法を用いて、熱可塑性ノルボルネン系樹脂に含有される大気ガス成分および低沸点有機成分が前記の通り一定量以下に除去される。

【0059】

すなわち、乾燥後の樹脂ペレットに含有されている大気ガス成分が、 N_2 ：20 ppm以下、 O_2 ：20 ppm以下、 H_2O ：1 ppm以下となり、さらに低分子脂肪族炭化水素および樹脂酸化物であるアルコールおよびカルボン酸化合物の和が20 ppb以下であり、芳香族系有機成分の和が20 ppb以下となることが好ましい。

【0060】

次に、本発明の第二の態様について説明する。

【0061】

本発明の第二の態様は熱可塑性ノルボルネン系樹脂を使用したプラスチック製磁気記録媒体用基板に関する。

【0062】

本発明のプラスチック製磁気記録媒体用基板では、上述の熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法で乾燥された樹脂を使用する。

【0063】

本発明のプラスチック製磁気記録媒体用基板は、射出成形法により形成される。具体的には、市販の射出成形装置にスタンパーを固定した金型を用い、所定の樹脂温度、射出速度、型締圧力を用い、さらに金型温度として固定側／可動側をそれぞれ適切な温度に設定して射出成形を行えばよい。例えば、射出成形の条件として、樹脂温度を350°C、射出速度を170 mm/s、型締圧力を70 kg/cm²に設定することができる。また、金型温度を、例えば固定側／可動側=130°C/130°Cに設定することができる。このような条件下で、例えば、略 $\phi 95 \text{ mm} \times 1.27 \text{ mm t}$ の磁気記録媒体用基板を製造することができる。

【0064】

本発明の磁気記録媒体用基板は、たておよびよこが1 μm以上の表面欠陥（凹凸欠陥）が100個/面以下であることが好ましい。また、該基板半径方向の真直度Paが1 μm以下であり、うねりWaが500 Å以下であり、平均粗さRa

が5Å以下となることが好ましい。

【0065】

次に、本発明の第三の態様について説明する。

【0066】

本発明の第三の態様は、該磁気記録媒体用基板を使用した磁気記録媒体に関する。

【0067】

本発明の磁気記録媒体は、前記乾燥方法で乾燥された熱可塑性ノルボルネン系樹脂を用いて射出成形により製造された磁気記録媒体用基板を使用する。

【0068】

図1に本発明の磁気記録媒体の一態様を示す。図1は、本発明の磁気記録媒体の構造断面である。

【0069】

本発明では、前記第一の発明で乾燥された熱可塑性ノルボルネン系樹脂を射出成形して得られたプラスチック製基板を基板1として使用する。その上に中間層2、非磁性下地層3、磁性層4、保護層5および液体潤滑層6を順次形成し、磁気記録媒体とする。前記中間層2、非磁性下地層3、磁性層4、保護層5および液体潤滑層6は、従来から使用されている材料を使用することができる。具体的には、中間層2は、例えばTiよりなる金属層であり、非磁性下地層3は、例えばCrよりなる下地層であり、保護層4はCo合金、例えば強磁性合金であるCo-Cr-Pt, Co-Cr-Taなどであり、保護層5は、例えばカーボン保護層などであり、更に液体潤滑層6はパーフルオロポリエーテル系潤滑剤のようなフッ素系潤滑剤等である。

【0070】

本発明の磁気記録媒体を図1により説明したが、この構造は一例であり、磁気記録媒体の目的に応じて種々の変更が可能である。例えば、本発明では、中間層2を設けなくてもよい。

【0071】

また、形状は本発明の磁気記録媒体を使用する機器に合わせることができ、特

に限定されない。例えば、HDDに使用されるような磁気記録媒体であれば円盤状の記録媒体であればよい。

【0072】

本発明の磁気記録媒体は、低浮上ヘッドを用いて高速・連続シークテストにおいても優れたヘッドシーク耐久安定性を保持することができる。本発明の磁気記録媒体は、24時間シーク後の歪みゲージ出力値が0.5(g)以下であることが好ましい。

【0073】

次に、本発明の第四の態様について説明する。

【0074】

本発明の第四の態様は、磁気記録媒体の製造方法である。該製造方法は、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を乾燥する工程、乾燥された熱可塑性ノルボルネン系樹脂を射出成形し、プラスチック製磁気記録媒体用基板を形成する工程、該基板上に、少なくとも磁性層、保護層及び液体潤滑層を順次形成する成膜工程とを具備する。本発明の磁気記録媒体の製造方法においては、熱可塑性ノルボルネン系樹脂を乾燥する工程を含み、その乾燥方法が、真空乾燥単独もしくは、常圧乾燥と真空乾燥を併用して熱可塑性ノルボルネン系樹脂を乾燥することで、該樹脂内部まで含有するガス成分を効率的に除去することを特徴とする。

【0075】

熱可塑性ノルボルネン系樹脂を乾燥する工程は、前記本発明の第一の態様で説明した通りである。また、プラスチック製磁気記録媒体用基板は、前記本発明の第二の態様で説明した射出成形により得られる。

【0076】

プラスチック製磁気記録媒体用基板の上面に磁気記録を可能とする層構造を積層する工程（成膜工程）は、この基板上に中間層2をスパッタ法で形成し、次いで、この中間層2上に非磁性下地層3を形成し、その上に磁性層4及び保護層5を順次形成する。この後、溶媒で希釈した潤滑剤を前記保護層5の表面に塗布する。

【0077】

前記非磁性下地層3はCr層であり、前記磁性層4はCo-14Cr-4Ta合金層であることが好ましい。

【0078】

非磁性下地層3、磁性層4及び保護層5は、これらが例えばCr非磁性下地層、Co-14Cr-4Ta磁性合金層及びカーボン層である場合、スパッタ法によって形成することができる。また、保護層5がカーボン保護層である場合、通常のグラファイトを主体としたカーボン保護層であってもDLC保護層であってもよく、またカーボン保護層に窒素を添加してもよい。また、潤滑層6は、ディップコート法、スピンドルコート法等により塗布することができ、潤滑剤はパーフロロポリエーテルであり、特にアウジモント製ZDOLやAM2001、ダイキン工業製DEMNUM-SA, SPであることが好ましい。

【0079】

これらの中間層2、非磁性下地層3、磁性層4、保護層5及び潤滑層6の厚さは通常の磁気記録媒体で用いられる厚さである。

【0080】

なお、前記の構成は本発明を限定するものではない。例えば、本発明においては、中間層2を設けなくてもよい。

【0081】

(実施例)

以下実施例に沿って、本発明をさらに詳細に説明する。

【0082】

熱可塑性ノルボルネン系樹脂ペレットを乾燥するにあたり、乾燥方法、乾燥温度、乾燥時間について表4の方法にて検討を行った。

【0083】

【表4】

樹脂ペレットの乾燥方法

		常圧乾燥 (N ₂ 雰囲気)		真空乾燥 (20Pa以下)	
		乾燥温度(℃)	乾燥時間(H)	乾燥温度(℃)	乾燥時間(H)
比較例	乾燥なし	—	—	—	—
実施例1	乾燥方法1	—	—	80	8
実施例2	乾燥方法2	—	—	80	16
実施例3	乾燥方法3	—	—	100	2
実施例4	乾燥方法4	—	—	100	4
実施例5	乾燥方法5	—	—	100	8
実施例6	乾燥方法6	—	—	120	2
実施例7	乾燥方法7	—	—	120	4
実施例8	乾燥方法8	—	—	140	2
実施例9	乾燥方法9	80	24	100	8
実施例10	乾燥方法10	100	12	100	8
実施例11	乾燥方法11	100	24	—	—
実施例12	乾燥方法12	100	24	80	4
実施例13	乾燥方法13	100	24	80	8
実施例14	乾燥方法14	100	24	100	2
実施例15	乾燥方法15	100	24	100	4
実施例16	乾燥方法16	120	24	—	—
実施例17	乾燥方法17	120	24	80	2
実施例18	乾燥方法18	120	24	80	4
実施例19	乾燥方法19	120	24	100	2
実施例20	乾燥方法20	120	24	100	4
実施例21	乾燥方法21	120	24	120	2
実施例22	乾燥方法22	120	24	120	4
実施例23	乾燥方法23	140	24	—	—

【0084】

実施例1

熱可塑性ノルボルネン系樹脂ペレット2kgを乾燥方法1にしたがって乾燥した。なお、真空乾燥は、真空度20Pa以下で行った。乾燥された樹脂ペレットの一部は、後述する特性の評価の欄で説明するガス含有量の測定に使用した。

【0085】

次に、前記の乾燥した樹脂の残りを使用し、市販されている最大射出成形圧力70tの射出成形装置を用いて射出成形して、略φ95mm×1.27mmの磁気記録媒体用基板を得た。射出成形は、前記射出成形装置にスタンパーを固定した金型を用い、樹脂温度350℃、射出速度170mm/s、型締圧力70kg/cm²、金型温度：固定側／可動側=130℃／130℃で行った。

【0086】

実施例2～8

熱可塑性ノルボルネン系樹脂のペレットの乾燥方法を、表4の乾燥方法2～8にした以外は実施例1と同様にして、乾燥した樹脂ペレットおよび磁気記録媒体用基板を得た。なお真空乾燥は常に真空度20Pa以下で行った。

【0087】

実施例9～23

熱可塑性ノルボルネン系樹脂のペレットの乾燥方法を、表4の乾燥方法9～23にした以外は実施例1と同様にして、乾燥した樹脂ペレットおよび磁気記録媒体用基板を得た。なお常圧乾燥は窒素雰囲気下で行い、真空乾燥は常に真空度20Pa以下で行なった。

【0088】

実施例24～46

前記実施例1～23で得た磁気記録媒体用基板上にDCスパッタ法により下地Cr層500Å、Co-Cr-Ta磁性層を300Å、カーボン保護層を80Åと順次形成し、さらにスパッタ後の表面にテープバニッシュを行い、フッ素系潤滑剤（アウジモント製FOMBELINZ-DOL等）をスピンドル法で20Å形成し、磁気記録媒体を得た。

【0089】

比較例1

樹脂ペレットを乾燥しない以外は実施例1と同様にして磁気記録媒体用基板を得た。

【0090】

比較例2

比較例1の磁気記録媒体用基板に実施例24と同様な成膜処理を施し、磁気記録媒体を得た。

【0091】

[特性の評価]

実施例1～23および比較例1の樹脂ペレットのガス含有量、並びに、これらの実施例および比較例で作成された磁気記録媒体用基板の表面欠陥個数および基

板半径方向の真直度 (P a) 、うねり (W a) と平均粗さ (R a) を評価した。

【0092】

含有ガス量の分析は、前記表1から2の分析で説明した分析方法と同じであり、欠陥個数、真直度、うねり、粗さの評価も、前記表3の評価で説明した測定方法と同じである。

【0093】

樹脂ペレットの含有ガス量を表5に、射出成形された磁気記録媒体用基板の面内欠陥個数および基板半径方向の真直度、うねり、平均粗さを表6に示す。

【0094】

【表5】

樹脂ペレットの乾燥後含有ガス量

		大気ガス (p p m)			低沸点有機成分 (p p b)	
		N ₂	O ₂	H ₂ O	脂肪族炭化水素 アルコール・カルボン酸	芳香族系 有機成分
比較例	乾燥なし	880.0	360.0	10.0	160	60
実施例1	乾燥方法1	48.0	20.0	1.0	30	20
実施例2	乾燥方法2	19.2	13.5	0.8	18	15
実施例3	乾燥方法3	200.0	50.0	2.5	52	43
実施例4	乾燥方法4	45.0	35.0	1.1	30	18
実施例5	乾燥方法5	16.3	10.3	0.7	15	12
実施例6	乾燥方法6	90.0	22.0	1.0	40	32
実施例7	乾燥方法7	18.5	15.0	0.8	15	10
実施例8	乾燥方法8	16.0	9.2	0.6	48	41
実施例9	乾燥方法9	18.0	15.5	0.9	20	18
実施例10	乾燥方法10	17.5	14.0	0.7	18	15
実施例11	乾燥方法11	100.0	35.0	1.6	19	18
実施例12	乾燥方法12	75.0	28.0	1.1	19	17
実施例13	乾燥方法13	19.0	17.5	0.8	15	15
実施例14	乾燥方法14	60.0	20.0	0.9	18	17
実施例15	乾燥方法15	18.5	11.2	0.8	15	13
実施例16	乾燥方法16	65.0	19.5	1.2	17	15
実施例17	乾燥方法17	25.0	15.5	0.85	15	12
実施例18	乾燥方法18	14.0	14.5	0.8	15	10
実施例19	乾燥方法19	14.5	13.8	0.7	13	13
実施例20	乾燥方法20	13.0	12.8	0.7	17	15
実施例21	乾燥方法21	13.0	12.0	0.7	18	16
実施例22	乾燥方法22	12.0	11.5	0.6	25	20
実施例23	乾燥方法23	25.5	17.5	0.9	45	30

【0095】

【表6】

成形基板の面内欠陥個数・真直度・うねり・平均粗さ

		光学顕微鏡計数	Chapman (光学式粗さ計)		
		欠陥個数 (>1 μm)	真直度 (μm)	うねり Wa(Å)	粗さ Ra(Å)
比較例1	乾燥なし	1200	1.70	1000	13.5
実施例1	乾燥方法1	250	1.12	680	8.8
実施例2	乾燥方法2	90	0.93	490	4.8
実施例3	乾燥方法3	500	1.40	780	10.0
実施例4	乾燥方法4	200	1.35	650	7.5
実施例5	乾燥方法5	30	0.60	270	2.8
実施例6	乾燥方法6	350	1.05	650	10.2
実施例7	乾燥方法7	50	0.80	320	3.5
実施例8	乾燥方法8	125	0.95	520	5.5
実施例9	乾燥方法9	50	0.70	420	4.2
実施例10	乾燥方法10	55	0.75	420	4.0
実施例11	乾燥方法11	120	0.95	580	6.5
実施例12	乾燥方法12	110	1.00	590	6.2
実施例13	乾燥方法13	40	0.82	280	3.4
実施例14	乾燥方法14	85	0.90	520	6.0
実施例15	乾燥方法15	45	0.85	290	3.8
実施例16	乾燥方法16	95	0.92	520	5.7
実施例17	乾燥方法17	80	0.90	480	5.3
実施例18	乾燥方法18	25	0.60	250	2.5
実施例19	乾燥方法19	20	0.52	210	2.2
実施例20	乾燥方法20	55	0.62	200	2.0
実施例21	乾燥方法21	65	0.60	220	2.0
実施例22	乾燥方法22	120	0.72	250	2.4
実施例23	乾燥方法23	150	0.95	520	4.8

【0096】

表5および6からわかるように、樹脂ペレットの含有ガス量が少なくなるにしたがって、成形された磁気記録媒体用基板の表面欠陥個数が減少し、同時に、基板半径方向の真直度、うねり、表面粗さも低くなる。

【0097】

特に、熱可塑性ノルボルネン系樹脂ペレットの含有ガス量を、大気ガスであるN₂, O₂, H₂Oをそれぞれ20 ppm, 20 ppm, 1 ppm以下に、脂肪族系有機成分の和を20 ppb以下に、芳香族系有機成分の和を20 ppb以下に制御することで、基板表面欠陥個数を100個以下に抑制し、基板半径方向の真直度を1.0 μm以下に、うねりを500 Å以下に、さらに表面粗さを5 Å以下に抑制できることを見出した。

【0098】

すなわち、実施例2, 5, 7の結果から示されるように、真空乾燥のみでの乾燥では、乾燥温度80°Cでは16時間、乾燥温度100°Cでは8時間、乾燥温度120°Cでは4時間の乾燥で、所定の基板表面欠陥個数や真直度、うねり、表面粗さ特性を満足することができる。

【0099】

また、実施例9の結果から示されるように、常圧乾燥80°C24時間では真空乾燥100°C8時間を組み合せることで、さらに、実施例13, 15から示されるように、常圧乾燥100°C24時間では真空乾燥80°C8時間または100°C4時間を組み合わせることで、さらに実施例18, 19, 21から示されるように、常圧乾燥120°C24時間では、真空乾燥80°C4時間、または100°C2時間もしくは120°C2時間を組み合せることでも、所定の基板表面欠陥個数や真直度、うねり、表面粗さ特性を満足することができる。

【0100】

本発明の乾燥方法によれば、常圧乾燥の他に真空乾燥を組み合せることで、乾燥効果が高まり、樹脂ペレット内部に存在するガス成分まで、より効果的に除去することが可能となる。

【0101】

しかし、実施例8, 22, 23の結果から示されるように、高温で長時間の乾燥を行いすぎると、大気ガスはより減少するものの、樹脂自身に熱分解現象が発生し始め、逆に、低沸点有機成分が増加へと転じ、特に、基板表面欠陥も増加するということも明らかになった。

【0102】

次に、実施例24～46および比較例2で得た磁気記録媒体を用いて、低フランジハイトヘッドに対する、連続・高速ヘッドシーク耐久性試験を行った。この耐久性試験は、耐久性がヘッドの安定走行性と関係があるという知見に基づくものであり、ディスク表面の突起とヘッドとの接触でヘッドと連動している歪ケージ出力が変動することを利用して、歪みゲージの出力を測定することにより耐久性を測定することを目的としたものである。この試験は得られた磁気記録媒体

を常温・常湿環境下で、GMRヘッド（フライングハイト：1.0 μ "、10 G bit/in²仕様）を用い、回転数4500 rpmで、ディスク半径19.05~44.45 mmの範囲を40.0 Hzの出力で24時間連続・高速ヘッドシークを行ったときの耐摩擦特性を歪みゲージの出力（g）として表したものであり、試験機は市販のCETR社のCSSテスタを用い行った。結果を表7に示す。

【0103】

【表7】

磁気記録媒体のヘッドシークテスト結果

	乾燥方法	シークテスト終了時 歪みゲージ出力(g)
比較例2	乾燥なし	*
実施例24	乾燥方法1	*
実施例25	乾燥方法2	0.48
実施例26	乾燥方法3	*
実施例27	乾燥方法4	*
実施例28	乾燥方法5	0.25
実施例29	乾燥方法6	*
実施例30	乾燥方法7	0.33
実施例31	乾燥方法8	1.20
実施例32	乾燥方法9	0.46
実施例33	乾燥方法10	0.44
実施例34	乾燥方法11	1.10
実施例35	乾燥方法12	0.85
実施例36	乾燥方法13	0.30
実施例37	乾燥方法14	0.60
実施例38	乾燥方法15	0.50
実施例39	乾燥方法16	0.62
実施例40	乾燥方法17	0.56
実施例41	乾燥方法18	0.20
実施例42	乾燥方法19	0.20
実施例43	乾燥方法20	0.28
実施例44	乾燥方法21	0.43
実施例45	乾燥方法22	0.65
実施例46	乾燥方法23	*

* ヘッドが浮上しなかったために測定不可

【0104】

表7および前述の表6から明らかなように、表6で基板表面欠陥個数が少なく、基板半径方向の真直度、うねりおよび粗さが低い磁気記録媒体用基板で得られ

た磁気記録媒体において、良好なヘッドシーク耐久性を示しており、基板表面欠陥個数が100個以下で、基板半径方向の真直度 $1.0 \mu\text{m}$ 以下、うねり500Å以下、表面粗さ5Å以下を満足した磁気記録媒体用基板を用いて得られた磁気記録媒体でのみ、24時間連続シーク後の歪みゲージ出力が、0.5以下に抑えられ良好な連続ヘッドシーク耐久性を保持していることがわかる。これは、基板表面の欠陥が少なく、基板表面のうねりや粗さが低く抑えられている磁気記録媒体ほど、低フライングハイトでの連続高速ヘッドシーク時において、ヘッドとディスク表面との接触頻度が少なく、良好なヘッド走行性を維持し続けるためである。

【0105】

このように、本発明の磁気記録媒体は、連続高速ヘッドシーク時の耐久信頼性においても優れた効果を有する。

【0106】

【発明の効果】

本発明の熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法により、該樹脂に含有される大気中ガス成分(N_2 , O_2 , H_2O)、低沸点有機成分(脂肪族炭化水素、アルコール、カルボン酸のような樹脂の劣化や酸化による脂肪族系有機成分、および酸化防止剤劣化物や樹脂合成溶媒残存物のような芳香族系有機成分)を一定量以下に制御することができる。

【0107】

また、本発明磁気記録媒体用基板は、本発明の乾燥方法で乾燥された熱可塑性ノルボルネン系樹脂を射出成形して作製され、基板表面上の凹凸の欠陥が極めて少なく、さらに基板表面の真直度やうねり、表面粗さが極めて小さい高精度な表面を有する。

【0108】

さらに、本発明の磁気記録媒体は、低フライングハイトでの連続・高速シーク耐久性試験においても安定なヘッド走行性を示し、高精度で高信頼性を保持している。

【0109】

本発明の磁気記録媒体の製造方法は、上述のような高精度で高信頼性である磁気記録媒体を、大量且つ安価に生産することが可能となるので、工業的な価値が極めて大きい。

【図面の簡単な説明】

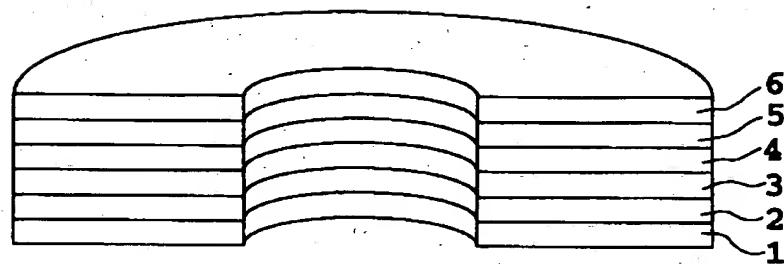
【図1】 図1は、本発明に係わる磁気記録媒体の概略を表す構造断面図である。

【符号の説明】

- 1 : 熱可塑性ノルボルネン系樹脂製プラスチック基板
- 2 : 中間層
- 3 : 下地Cr層
- 4 : 磁性層
- 5 : 保護層
- 6 : 潤滑層

【書類名】 図面

【図1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 熱可塑性ノルボルネン系樹脂に含まれているガス成分を一定量以下まで除去するための乾燥方法、該方法で乾燥された樹脂を使用した磁気記録媒体用基板、該基板を使用した磁気記録媒体、並びに該媒体の製造方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 熱可塑性ノルボルネン系樹脂の乾燥方法であって、真空乾燥単独でまたは常圧乾燥と併用して、樹脂に含まれているガス成分を一定量以下まで除去することを特徴とする乾燥方法。該熱可塑性ノルボルネン系樹脂を射出成形して得られる磁気記録媒体用基板。該基板上に、少なくとも磁性層、保護層および液体潤滑層が形成されている磁気記録媒体、並びにこれを製造する方法。

【選択図】 図1

出願人履歴情報

識別番号 [000005234]

1. 変更年月日 1990年 9月 5日

[変更理由] 新規登録

住 所 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

氏 名 富士電機株式会社